

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 383 438**

51 Int. Cl.:
B27K 7/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 96 Número de solicitud europea: **07116628 .4**
96 Fecha de presentación: **18.09.2007**
97 Número de publicación de la solicitud: **2033751**
97 Fecha de publicación de la solicitud: **11.03.2009**

54 Título: **Procedimiento de tratamiento del corcho o de un material a base de corcho con un gas inerte a una presión estrictamente inferior a 1 Mpa**

30 Prioridad:
23.08.2007 FR 0757143

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
21.06.2012

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
21.06.2012

73 Titular/es:
**DIAM BOUCHAGE
Espace Tech Ulrich
66400 Ceret, FR**

72 Inventor/es:
**Zobel, Rudolf y
Bakali, Moaad**

74 Agente/Representante:
de Elzaburu Márquez, Alberto

ES 2 383 438 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Procedimiento de tratamiento del corcho o de un material a base de corcho con un gas inerte a una presión estrictamente inferior a 1 Mpa.

5 La presente invención es relativa a un procedimiento de tratamiento del corcho o de un material a base de corcho, que comprende la puesta en contacto del corcho o del material a base de corcho con un gas inerte a una temperatura de tratamiento de 20 °C a 140 °C y a una presión estrictamente inferior a 1 MPa (10 bares), a un procedimiento de fabricación de tapones y a los tapones susceptibles de ser obtenidos por este procedimiento.

10 El corcho es un material natural, impermeable y ligero, que proviene de la corteza de ciertas especies de encinas, tales como las encinas de corcho, que se encuentran típicamente en los países del contorno mediterráneo, en Europa y en África del Norte.

El corcho encuentra su utilización especialmente en la fabricación de tapones, que sirven para taponar recipientes tales como botellas que contienen líquidos destinados a la alimentación, en particular, vino.

15 El corcho es un material elástico, resiliente, comprimible e impermeable a los líquidos, que al mismo tiempo tiene una permeabilidad a los gases suficiente para permitir un intercambio necesario para la maduración del producto en botella, y que presenta un alto coeficiente de fricción.

En razón de su origen natural, éste presenta propiedades mecánicas y una permeabilidad muy variable según los orígenes del corcho y contiene componentes orgánicos a veces no deseables, variando también sus contenidos según los orígenes del corcho.

20 Las sustancias contenidas de modo natural en el corcho pueden pasar a las bebidas y desarrollar un sabor desagradable, por ejemplo, de "podrido", que hace a estas bebidas imbebibles.

25 Estas sustancias pueden ser compuestos orgánicos como el metil-isiborneol, la geosmina, la metilo-etilpiracina, los alcoholes y cetonas insaturados en C8; compuestos clorados tales como el lindano, los fenoles clorados o no, los anisoles clorados o no, y de modo más particular, el pentaclorofenol (PCP), el 2,4,6-tricloroanisol (TCA), el 2,3,4,6-tetracloroanisol (TeCA) y el pentacloroanisol, y compuestos bromados tales como el tribromoanisol responsables del sabor a tapón o a moho; o todavía el pre-cresol, el guayacol y el ácido octanoico responsables del sabor a fenol-cuero-sintético; o bien el 1-octeno-3-ol asociado al sabor a champiñón. Estas sustancias son por tanto contaminantes o polucionantes que deben ser eliminadas para permitir la utilización del corcho o de un material a base de corcho para la fabricación de tapones.

30 Con el fin especialmente de eliminarlas todo lo que sea posible, el corcho o el material a base de corcho es sometido generalmente a tratamientos conocidos en la técnica, que especialmente ponen en práctica dióxido de carbono en estado supercrítico.

35 Un ejemplo de tratamiento es descrito por Ana M. Miranda y otros "High Pressure Extraction of Cork with CO₂ y 1,4-dioxano", Process. Technol. Proc. (1996), 12, High Pressure Chemical Engineering, p. 417 a 422. Se trata de un procedimiento de tratamiento del corcho con CO₂ y dioxano en condiciones de presión elevada de 170 bares a temperaturas de 160 °C a 180 °C. Se produce entonces una eliminación de la suberina, un componente de las paredes celulares del corcho en forma de lignina modificada. Sin embargo, este procedimiento no conviene para tratar el corcho que debe ser utilizado después como corcho para botellas.

40 Por la solicitud de patente internacional WO 01/23155, se conoce igualmente un procedimiento de tratamiento y de extracción de compuestos orgánicos del corcho o de un material a base de corcho, con la ayuda de un fluido denso a presión, a una temperatura de 10 °C a 120 °C y a una presión de 10 a 600 bares.

Sin embargo, los procedimientos de la técnica anterior no permiten obtener un corcho o un material a base de corcho que presente a la vez buenas propiedades mecánicas y organolépticas.

45 En efecto, el corcho, por sus diferentes orígenes, presenta propiedades mecánicas y organolépticas diferentes, es decir comprende compuestos orgánicos responsables de las citadas propiedades en contenidos diferentes. Por ejemplo, la suberina, los responsables de las propiedades mecánicas no están contenidos en las mismas proporciones en los corchos de diferentes orígenes. Lo mismo ocurre con los compuestos responsables de las propiedades organolépticas tales como los aromas naturales.

Por otra parte, la diferencia de propiedades mecánicas y de permeabilidad hace aleatoria la buena conservación de las bebidas en el tiempo y por tanto no permite un perfecto envejecimiento de éstas, y especialmente del vino.

50 Existe por tanto una necesidad de producir corcho o un material a base de corcho que presente a la vez buenas propiedades mecánicas y organolépticas.

El documento WO03041927 describe la extracción de compuestos con vapor de agua en presencia de aire y un disolvente orgánico.

La invención pretende satisfacer esta necesidad proponiendo un procedimiento de tratamiento del corcho o de un material a base de corcho, que permita a la vez eliminar los compuestos orgánicos volátiles, especialmente aquéllos responsables del sabor a tapón, al tiempo que se conserven las propiedades mecánicas del citado corcho o material a base de corcho, por ejemplo la hidrofobia.

- 5 Este procedimiento puede además ser puesto en práctica más fácilmente que los procedimientos de tratamiento del corcho o material a base de corcho conocidos en la técnica.

Un primer objeto de la presente invención es por tanto un procedimiento para extraer los compuestos orgánicos volátiles del corcho o de un material a base de corcho, que comprende la puesta en contacto con un gas inerte a una temperatura de tratamiento de 20 °C a 140 °C a una presión estrictamente inferior a 1 MPa (10 bares).

- 10 Otro objeto concierne a un procedimiento de fabricación de tapones que ponga en práctica tal procedimiento de tratamiento del corcho o de un material a base de corcho.

- 15 De acuerdo con la invención, el procedimiento de tratamiento del corcho o de un material a base de corcho, comprende la puesta en contacto del corcho o del material a base de corcho con un gas inerte a una temperatura de tratamiento de 20 °C a 140 °C, preferentemente de 80 °C a 120 °C, y a una presión estrictamente inferior a 1 MPa (10 bares), yendo preferentemente de 0,1 MPa a 0,4 MPa (1 a 4 bares), mejor todavía a la presión atmosférica.

- 20 El corcho o el material a base de corcho que puede ser utilizado en el procedimiento de la invención se encuentra especialmente en forma de granulados que preferentemente presentan una granulometría de 0,1 mm hasta 7 mm, de placas, de planchas, de arandelas de corcho procedentes del entubado de placas de corcho, de tapones naturales procedentes del entubado de placas de corcho, o de tapones técnicos a base de corcho tal como el « 1 + 1 », los tapones aglomerados o microaglomerados a base de pegamento y de eventuales agentes de expansión.

La granulometría puede ser medida por ejemplo por el método de los tamices, a temperatura ambiente (20 °C-25 °C).

El entubado es un método de fabricación de tapones que utiliza un portapieza. Se extrae un trozo de corcho cuyo espesor corresponda a la longitud del tapón.

- 25 Por « 1 + 1 », se entiende un tapón cuyo cuerpo está constituido de granulados de corcho aglomerado con un pegamento, mientras que las dos extremidades están compuestas cada una de una arandela de corcho natural, siendo obtenidas las citadas arandelas por entubado de un trozo de corcho cuyo espesor corresponde al de las arandelas.

- 30 El gas inerte utilizable en el procedimiento de acuerdo con la invención es elegido especialmente entre el dióxido de carbono, el nitrógeno, un gas raro tal como el argón, y sus mezclas, preferentemente entre el dióxido de carbono, el nitrógeno y sus mezclas, y todavía de modo más preferente el gas inerte es el dióxido de carbono.

De acuerdo con un modo de realización preferido de la invención, el gas inerte puede ser mezclado con uno o varios compuestos denominados codisolventes. Estos codisolventes son elegidos preferentemente entre el agua y los alcoholes en C₁₋₄ como el etanol.

- 35 El citado codisolvente o una de sus mezclas es añadido preferentemente en razón de 0 hasta la saturación del gas en codisolvente a la temperatura de tratamiento, que se sitúa en la gama que va de 20 °C a 140 °C, mejor de 0,001 % en peso con respecto al peso de la mezcla gas inerte-disolventes hasta la saturación del gas en codisolventes a la temperatura de tratamiento, y todavía de modo más preferente de 0,001 % en peso al 10 % en peso con respecto a la relación mezcla gas inerte+codisolventes.

- 40 De acuerdo con otro modo de realización, el corcho o el material a base de corcho puede ser humidificado por pulverización de agua antes de ser tratado con la corriente de gas inerte, en proporciones que varían del 5 % al 40 %, mejor todavía del 15% al 25% en peso con respecto al peso total del corcho.

La duración del tratamiento varía generalmente de 1 a 10 horas, mejor todavía de 2 a 4 horas.

- 45 El procedimiento de acuerdo con la invención puede ser puesto en práctica de manera continua o discontinua, en un reactor de lecho fijo o fluidificado.

- 50 El procedimiento de acuerdo con la invención puesto en práctica de manera continua puede comprender además una etapa de reciclado del gas inerte, eventualmente mezclado con al menos un codisolvente, que comprende los compuestos orgánicos extraídos del corcho o material a base de corcho, en el reactor después de haber sido sometido a una etapa de purificación, por ejemplo con la ayuda de carbono activo o de una sustancias absorbente tal como la bentonita, con el fin de eliminar los productos orgánicos volátiles separados del corcho o del material a base de corcho, así como los codisolventes del gas inerte.

Con el fin de mejorar la eficacia de la absorción de los productos orgánicos en la etapa de purificación, se puede utilizar al menos un intercambiador con el fin de reducir la temperatura a un valor inferior a 40 °C, preferentemente

entre 15 °C y 25 °C. Una separación entre el gas eventualmente mezclado con al menos un codisolvente, y los productos orgánicos extraídos puede ser realizada igualmente por la adición de uno o varios separadores de tipo ciclón.

5 Otro objeto de la invención es la utilización del procedimiento de acuerdo con la invención para extraer los compuestos orgánicos volátiles.

10 Por compuestos orgánicos volátiles, se entienden hidrocarburos (compuestos constituidos por átomos de carbono y de hidrógeno) con exclusión del metano, en los cuales uno o varios de los átomos de hidrógeno pueden ser substituidos por átomos de halógeno como el cloro o el flúor, grupos oxigenados, nitrogenados, azufrados o fosforados, que presentan una presión de vapor superior o igual a 133 Pa a una temperatura de 293,15 K. Los compuestos orgánicos volátiles se encuentran generalmente en el estado de gas o de vapor en las condiciones normales de temperatura y de presión. Su constante de Henry (Kh) es preferentemente superior o igual a 100 Pa.m³/mol.

15 Los compuestos orgánicos volátiles extraídos con el procedimiento de la invención son especialmente (poli)clorofenoles como el pentaclorofenol (PCP), y (poli)haloanisoles como los (poli)cloroanisoles, por ejemplo el 2,4,6-tricloroanisol (TCA), el 2,3,4,6-tetracloroanisol (TeCA) y el pentacloroanisol, y el tribromoanisol, responsables del sabor a tapón o a moho; o el pre-cresol, el guayacol y el ácido octanoico, responsables del sabor a fenol-cuero-sintético; o todavía el 1-octeno-3-ol asociado al sabor a champiñón.

20 El modo de realización preferido de la utilización del procedimiento consiste en extraer los (poli)clorofenoles como el pentaclorofenol (PCP), y los (poli)haloanisoles como los (poli)cloroanisoles, por ejemplo el 2,4,6-tricloroanisol (TCA), el 2,3,4,6-tetracloroanisol (TeCA) y el pentacloroanisol, y el tribromoanisol.

La invención tiene todavía por objeto un procedimiento de fabricación de tapones de corcho o de un material a base de corcho, que comprenda el procedimiento de tratamiento del corcho o del material a base de corcho tal como el descrito anteriormente.

25 Se describirán ahora, a título de ejemplos no limitativos, formas de puesta en práctica preferentes de la invención, refiriéndose a los ejemplos y a los dibujos anejos, en los cuales:

- la Figura 1 es una vista esquemática de un dispositivo que pone en práctica un procedimiento de tratamiento de acuerdo con la invención, y
- la Figura 2 es una vista esquemática de una variante del dispositivo de la Figura 1.

30 En la Figura 1, el reactor (1) del dispositivo es llenado con granulados de corcho (2) que presentan una granulometría que puede variar de 0,1 mm a 7 mm y una masa volúmica que puede variar de 45 g/l a 80 g/l. El reactor (1) presenta al menos en una de sus extremidades, al menos un medio de filtrado tal como una placa filtrante metálica, y preferentemente en sus dos extremidades inferior y superior (3') y (3'').

35 El reactor (1) calorifugado es calentado con un medio de calentamiento eléctrico o una unidad de mando de la temperatura (UCT) y mantenido a una temperatura constante de 20 °C a 140 °C, preferentemente de 80 °C a 120 °C. El calentamiento puede ser realizado con la ayuda de una resistencia eléctrica o de un fluido caloportador. La presión que reina en el interior del reactor (1) es estrictamente inferior a 1 MPa (10 bares), yendo preferentemente de 0,1 MPa a 0,4 MPa (1 a 4 bares), mejor todavía igual a la presión atmosférica. Esta presión es regulada generalmente por una salida de gases situada en la parte superior del reactor (1) y por la regulación del caudal de gas inerte eventualmente mezclado con al menos un codisolvente.

40 El gas inerte, por ejemplo dióxido de carbono o nitrógeno o sus mezclas, que proviene de un depósito de almacenamiento (4) es introducido por intermedio de una válvula de apertura (5), de una válvula de regulación del caudal (6) y de un caudalímetro (7). El caudal del gas inerte varía preferentemente de 50 a 150 litros/minuto, mejor de 65 a 85 litros/minuto.

45 El gas inerte es utilizado para evitar cualquier fenómeno de oxidación en el corcho, fenómeno que se produce generalmente cuando se utiliza aire o cualquier otra mezcla que contenga oxígeno y que genere reacciones de Maillard que producen sabores a gratinado o a quemado al corcho.

50 El gas inerte es calentado a continuación con un medio de calentamiento eléctrico (8) hasta la temperatura de tratamiento que va de 20 °C a 140 °C, preferentemente de 80 °C a 120 °C, y eventualmente puesto a presión hasta alcanzar una presión inferior a 1 MPa (10 bares), yendo preferentemente de 0,1 MPa a 0,4 MPa (1 a 4 bares). Preferentemente, el gas inerte es dejado a la presión atmosférica.

El gas inerte es mezclado, por ejemplo por barboteo, antes de llegar al reactor (1), con un codisolvente (9) tal como el agua, un alcohol en C₁₋₄, por ejemplo el etanol, o una de sus mezclas. La adición de un codisolvente (9) tal como el agua, puede permitir, por ejemplo, evitar un desecado de los granulados de corcho (2) durante la extracción de los compuestos orgánicos volátiles, al tiempo que mejora la tasa de extracción.

- 5 La mezcla gas inerte + codisolvente pasa todavía a un medio de calentamiento eléctrico (10), lo que permite mejorar la solubilidad del codisolvente en el gas, para alcanzar una temperatura constante comprendida en el intervalo que va de 20 °C a 140 °C, preferentemente de 80 °C a 120 °C. La presión de la mezcla de gas inerte+codisolvente es regulada a través de la salida de gases (12) del reactor para alcanzar una presión inferior a 1 MPa (10 bares), yendo preferentemente de 0,1 MPa a 0,4 MPa (1 a 4 bares). Preferentemente, la citada mezcla es dejada a la presión atmosférica.
- 10 El dispositivo de la Fig. 1 comprende además una unidad de mando electrónico (11) que gestiona el funcionamiento de los elementos (5), (6), (7), (8), (10) y (12).
- 10 Cuando el gas inerte es utilizado solo, a saber sin codisolvente, el dispositivo de la Fig. 1 no comprende los elementos (9) y (10).
- 15 El procedimiento de acuerdo con la invención, que hace pasar una corriente de gas inerte mezclado eventualmente con un codisolvente, a través de los granulados de corcho (2) en el reactor (1) dura varias horas, preferentemente de 1 a 10 horas, mejor todavía de 2 a 4 horas. El gas inerte, eventualmente mezclado con un codisolvente, atraviesa los granulados de corcho (2) en lecho fijo o en lecho fluidificado.
- 15 El gas inerte, eventualmente mezclado con un codisolvente, permite extraer los compuestos orgánicos volátiles no deseables, tales como los (poli)clorofenoles como el pentaclorofenol (PCP); los (poli)haloanisolos como los (poli)cloroanisolos, por ejemplo el 2,4,6-tricloroanisol (TCA), el 2,3,4,6-tetracloroanisol (TeCA) y el pentacloroanisol, y el tribromoanisol; el p-cresol, el guayacol, el ácido octanoico y el 1-octeno-3-ol, fuera de los granulados de corcho y arrastra compuestos orgánicos volátiles fuera del reactor (1).
- 20 Una salida de gases (12) colocada a la salida del reactor (1) permite regular la presión del gas en el citado reactor (1).
- En el dispositivo de la Figura 1, el gas inerte mezclado con el codisolvente, y que contiene los compuestos orgánicos volátiles extraídos de los granulados, no es reciclado sino lanzado a la atmósfera.
- 25 De acuerdo con otro modo de realización de la invención representado en la Figura 2, el dispositivo comprende los mismos elementos (1) a (12) que el dispositivo de la Fig. 1. Sin embargo, a la salida del reactor (1), el gas inerte mezclado con un codisolvente, cargado en compuestos orgánicos volátiles extraídos de los granulados de corcho, es reciclado después de haber pasado por un sistema de enfriamiento (13), un separador (14) y un dispositivo de depuración (16) constituido, por ejemplo, por una columna de carbón activo o de bentonita.
- 30 La unidad de mando electrónico (11) de la Fig. 2 gestiona igualmente el funcionamiento de los elementos (13) y (15), además de los elementos (5), (6), (7), (8), (10) y (12).
- 35 A la salida del reactor (1) y antes de pasar al dispositivo de depuración (16), es importante que la temperatura de la mezcla gas inerte+codisolvente cargado de compuestos orgánicos volátiles extraídos sea disminuida a un valor inferior a 40 °C, preferentemente entre 15 °C y 25 °C, especialmente con la ayuda del sistema de enfriamiento (13). Después de esta etapa de enfriamiento, la mezcla gas inerte+codisolvente cargada de compuestos orgánicos volátiles atraviesa un dispositivo separador de tipo ciclón (14) que realiza una primera separación entre el gas inerte, el codisolvente y los compuestos orgánicos volátiles. La válvula (15) permite atravesar una cantidad mayoritaria, incluso total, de los compuestos orgánicos volátiles, y una parte del codisolvente.
- 40 El dispositivo de depuración (16) acaba la purificación del gas inerte absorbiendo eventuales compuestos orgánicos volátiles residuales y el codisolvente residual.
- 40 La asociación de los elementos (14) y (16) permite obtener una tasa muy buena de extracción, por ejemplo del orden del 100%, de los compuestos orgánicos volátiles, y purificar completamente el gas inerte, antes de reintroducirlo en el circuito de extracción.
- Otros dispositivos separadores, por ejemplo de tipo ciclón, pueden ser introducidos todavía en el dispositivo de la Fig. 2.
- 45 El dispositivo de la Fig. 2 comprende también un ventilador de recirculación (17) que permite reciclar el gas inerte en el circuito de extracción.

Ejemplos

- Se sometieron diferentes muestras de granulados de corcho al procedimiento de tratamiento de la invención.
- 50 Se midió el contenido en 2,4,6-tricloroanisol contenido en los granulados de corcho antes y después del tratamiento con el procedimiento de acuerdo con la invención. Éste ha sido medido por el método definido en la norma AFNOR ISO 20752:2007 (F), edición del 1º de febrero de 2007, denominada Tapones, dosificación del 2,4,6 tricloroanisol (TCA) transferible.

Los límites de detección y de cuantificación son respectivamente de 0,2 y 0,5 ng/l.

Ejemplo 1

Se utilizó un reactor de lecho fluidificado, que presenta un volumen de aproximadamente 8 litros.

5 Se llenó el reactor (1) del dispositivo de la Fig. 1, que no comprende los elementos (9) y (10), con 104 g de granulados de corcho (granulometría media de aproximadamente 1 mm) que representa el 18 % del volumen del reactor (1) y se le cerró con la ayuda de filtros planos (3') y (3").

Se trataron los granulados de corcho con una corriente de gas de dióxido de carbono seco sin codisolvente, que circula con un caudal de 75 l/min, a una temperatura de 95,5 °C durante 5 horas, a presión atmosférica.

10 Al final de este tratamiento, se dejaron enfriar a los granulados siempre en presencia del dióxido de carbono, durante 45 minutos, después se les puso en contacto con el aire.

Los resultados concernientes a los contenidos en TCA están reagrupados en la tabla 1 que sigue.

Tabla 1

	Contenido en TCA (ng/l)
Antes del tratamiento	3,0
Después del tratamiento	0,9

15 Se observa una reducción del 70 % del contenido en 2,4,6-tricloroanisol presente en los granulados de corcho tratados.

Ejemplo 2

Se utilizó un reactor de lecho fluidificado, que presenta un volumen de aproximadamente 8 litros.

Se llenó el reactor (1) del dispositivo de la Fig. 1 con 100 g de granulados de corcho y se le cerró con la ayuda de filtros planos (3') y (3").

20 Se trataron los granulados de corcho con una corriente de gas de dióxido de carbono que circula con un caudal de 75 l/min, y mezclado con 0,8 litros de agua, a una temperatura de 100 °C durante 5 horas, a presión atmosférica.

Al final de este tratamiento, se dejaron a los granulados volver a la temperatura ambiente como en el ejemplo 1, durante 45 minutos, y después se les puso en contacto con el aire.

Los resultados concernientes a los contenidos en TCA están reagrupados en la tabla 2 que sigue.

25

Tabla 2

	Contenido en TCA (ng/l)
Antes del tratamiento	6,1
Después del tratamiento	0,5

Se observa una reducción del 92% del contenido en 2,4,6-tricloroanisol presente en los granulados de corcho tratados.

Ejemplo 3

30 Se utilizó un reactor de lecho fijo, que presenta un volumen de aproximadamente 8 litros.

Se llenó el reactor (1) del dispositivo de la Fig. 1 con 600 g de granulados de corcho y se le cerró con la ayuda de filtros planos (3') y (3").

35 Se trataron los granulados con una corriente de gas dióxido de carbono que circula con un caudal de 75 l/min, y mezclado con 1,2 litros de agua, a una temperatura de 98,5 °C durante 6 horas, a presión atmosférica, habiendo sido puesto en contacto el dióxido de carbono con agua desmineralizada antes del tratamiento de los granulados de corcho.

Al final de este tratamiento, se dejaron a los granulados volver a la temperatura ambiente como en el ejemplo 1, durante 45 minutos, y después se les puso en contacto con el aire.

Los resultados concernientes a los contenidos en TCA están reagrupados en la tabla 3 que sigue.

Tabla 3

	Contenido en TCA (ng/l)
Antes del tratamiento	5,9
Después del tratamiento	0,4

5

Se observa por tanto una reducción del 90 % del contenido en 2,4,6-tricloroanisol en los granulados de corcho tratados.

Ejemplo 4

Se utilizó un reactor de lecho fluidificado, que presenta un volumen de aproximadamente 8 litros.

10 Se trataron 100 g de granulados de corcho con aproximadamente 20 g de agua. A continuación se llenó el reactor (1) de dispositivo de la Fig. 1, que no comprende los elementos (9) y (10), con 100 g de granulados de corcho mojados.

Se trataron los granulados con una corriente de gas de dióxido de carbono seco sin codisolvente, que circula con un caudal de 75 l/min, a una temperatura de 97,5 °C durante 4 horas, a presión atmosférica.

15 Al final de este tratamiento, se dejaron a los granulados volver a la temperatura ambiente como en el ejemplo 1, durante 45 minutos, y después se les puso en contacto con el aire.

Los resultados concernientes a los contenidos en TCA están reagrupados en la tabla 4 que sigue.

	Contenido en TCA (ng/l)
Antes del tratamiento	5,9
Después del tratamiento	0,8

20 Se observa una reducción del 86 % del contenido en 2,4,6-tricloroanisol presente en los granulados de corcho tratados.

Ejemplo 5

Se utilizó un reactor de lecho fluidificado, que presenta un volumen de aproximadamente 8 litros.

Se llenó el reactor (1) del dispositivo de la Fig. 1 con 100 g de granulados de corcho y se le cerró con la ayuda de filtros planos (3') y (3'').

25 Se trataron los granulados de corcho con una corriente de gas de dióxido de carbono que circula con un caudal de 75 l/min y mezclado con 0,8 litros de una mezcla 50/50 en peso de agua desmineralizada y de etanol, a una temperatura de 98,5 °C durante 4 horas, a presión atmosférica.

Al final de este tratamiento, se dejaron a los granulados volver a la temperatura ambiente como en el ejemplo 1, durante 45 minutos, y después se les puso en contacto con el aire.

30 Los resultados concernientes a los contenidos en TCA están reagrupados en la tabla 5 que sigue.

Tabla 5

	Contenido en TCA (ng/l)
Antes del tratamiento	5,9
Después del tratamiento	No detectable

Se observa una reducción del 100 % del contenido en 2,4,6-tricloroanisol presente en los granulados de corcho tratados.

Ejemplo 6

Se utilizó un reactor de lecho fluidificado, que presenta un volumen de aproximadamente 8 litros.

- 5 Se llenó el reactor (1) del dispositivo de la Fig. 1 con 100 g de granulados de corcho y se le cerró con la ayuda de filtros planos (3') y (3'').

Se trataron 100 g de granulados con una corriente de nitrógeno que circula con un caudal de 75 l/min y mezclado con 0,8 litros de agua, a una temperatura de 100 °C durante 4 horas, a presión atmosférica.

Al final de este tratamiento, se dejaron a los granulados volver a la temperatura ambiente en presencia de nitrógeno.

- 10 Los resultados concernientes a los contenidos en TCA están reagrupados en la tabla 6 que sigue.

Tabla 6

	Contenido en TCA (ng/l)
Antes del tratamiento	5,9
Después del tratamiento	0,4

Se observa una reducción del 93 % del contenido en 2,4,6 en tricloroanisol presente en los granulados de corcho tratados.

- 15 **Ejemplo 7**

Se operó de la misma manera que en el ejemplo 2, con excepción de que la duración de tratamiento fue de 4 horas en lugar de 5 horas.

Los resultados concernientes a los contenidos en TCA están reagrupados en la tabla 7 que sigue.

Tabla 7

	Contenido en TCA (ng/l)
Antes del tratamiento	5,9
Después del tratamiento	0,4

- 20 Se observa una reducción del 93 % del contenido en 2,4,6-tricloroanisol presente en los granulados de corcho tratados.

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para extraer los compuestos orgánicos volátiles del corcho o de un material a base de corcho, que comprende la puesta en contacto del corcho o del material a base de corcho con un gas inerte a una temperatura de tratamiento de 20 °C a 140 °C y a una presión estrictamente inferior a 1 MPa (10 bares).
- 5 2. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado porque el gas inerte es elegido entre el dióxido de carbono, el nitrógeno, un gas raro inerte tal como el argón, y sus mezclas.
3. Procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 1 o 2, caracterizado porque la temperatura de tratamiento va de 80 °C a 120 °C.
- 10 4. Procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque la presión se sitúa en el intervalo que va de 0,1 MPa a 4 MPa (1 a 4 bares).
5. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 4, caracterizado porque la presión es igual a la presión atmosférica.
6. Procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque el gas inerte es mezclado con uno o varios codisolventes.
- 15 7. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 6, caracterizado porque el o los codisolventes son elegidos entre el agua y los alcoholes en C₁₋₄ tal como el etanol.
8. Procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 6 o 7, caracterizado porque el o los codisolventes están presentes en un contenido que va de 0,001 % en peso con respecto al peso total de la mezcla gas inerte + codisolventes hasta la saturación del gas en codisolventes a la temperatura de tratamiento.
- 20 9. Procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque el corcho o el material a base de corcho se encuentra en forma de granulados, de placas, de planchas, de arandelas o de tapones naturales o técnicos.
10. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 9, caracterizado porque los granulados presentan una granulometría que va de 0,1 mm a 7 mm.
- 25 11. Procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, caracterizado porque los compuestos orgánicos volátiles son elegidos entre los (poli)clorofenoles, los (poli)haloanisoles, el p-cresol, el guayacol y el ácido octanoico y el 1-octeno-3-ol.
12. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 11, caracterizado porque los compuestos orgánicos volátiles son elegidos entre el pentaclorofenol, el 2,4,6-tricloroanisol, el 2,3,4,6-tetracloroanisol, el pentacloroanisol y el tribromoanisol.
- 30 13. Procedimiento de fabricación de tapones de corcho o de un material a base de corcho, que comprende el procedimiento para extraer los compuestos volátiles de corcho o de un material a base de corcho de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 12.

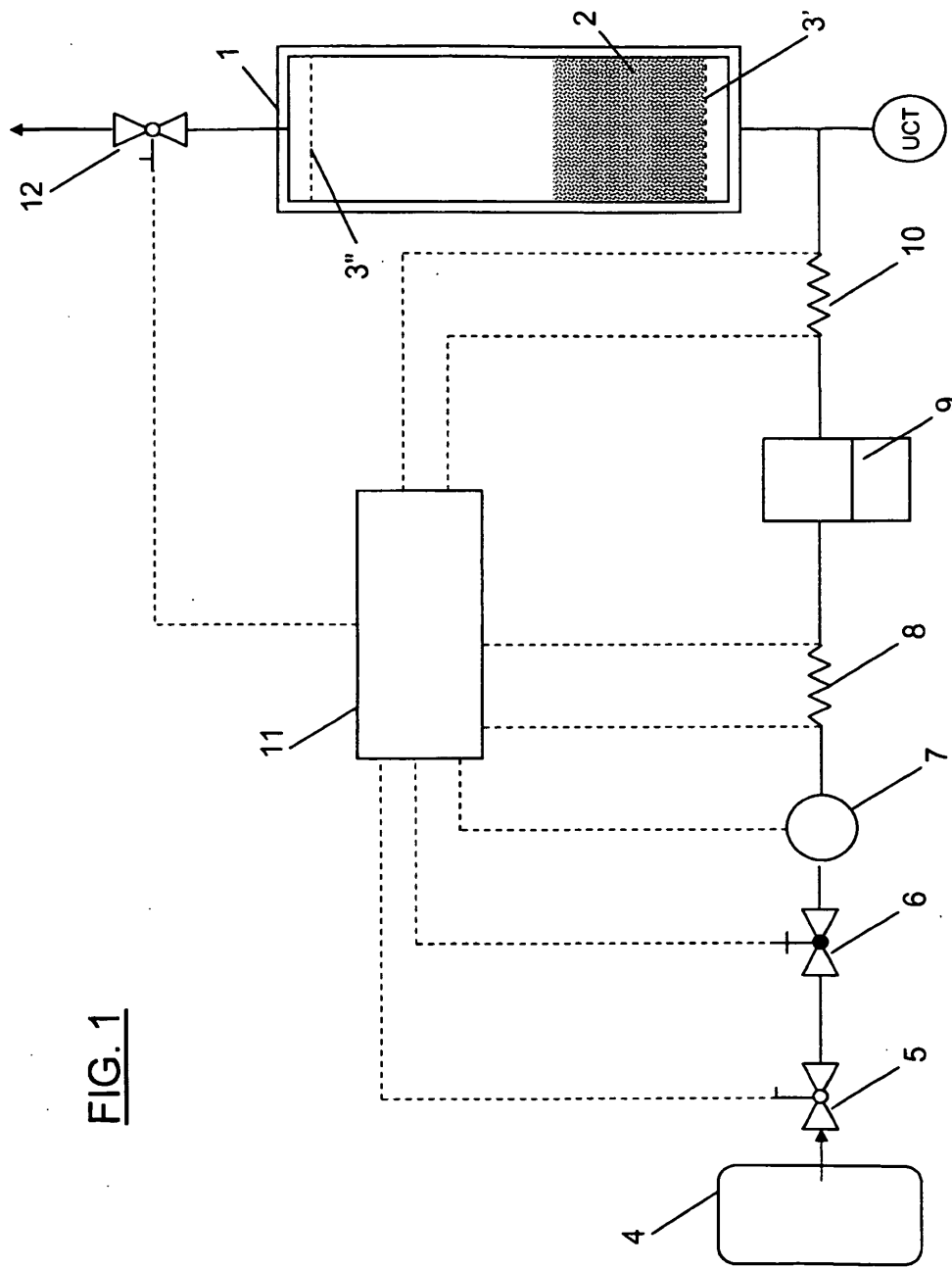


FIG. 1

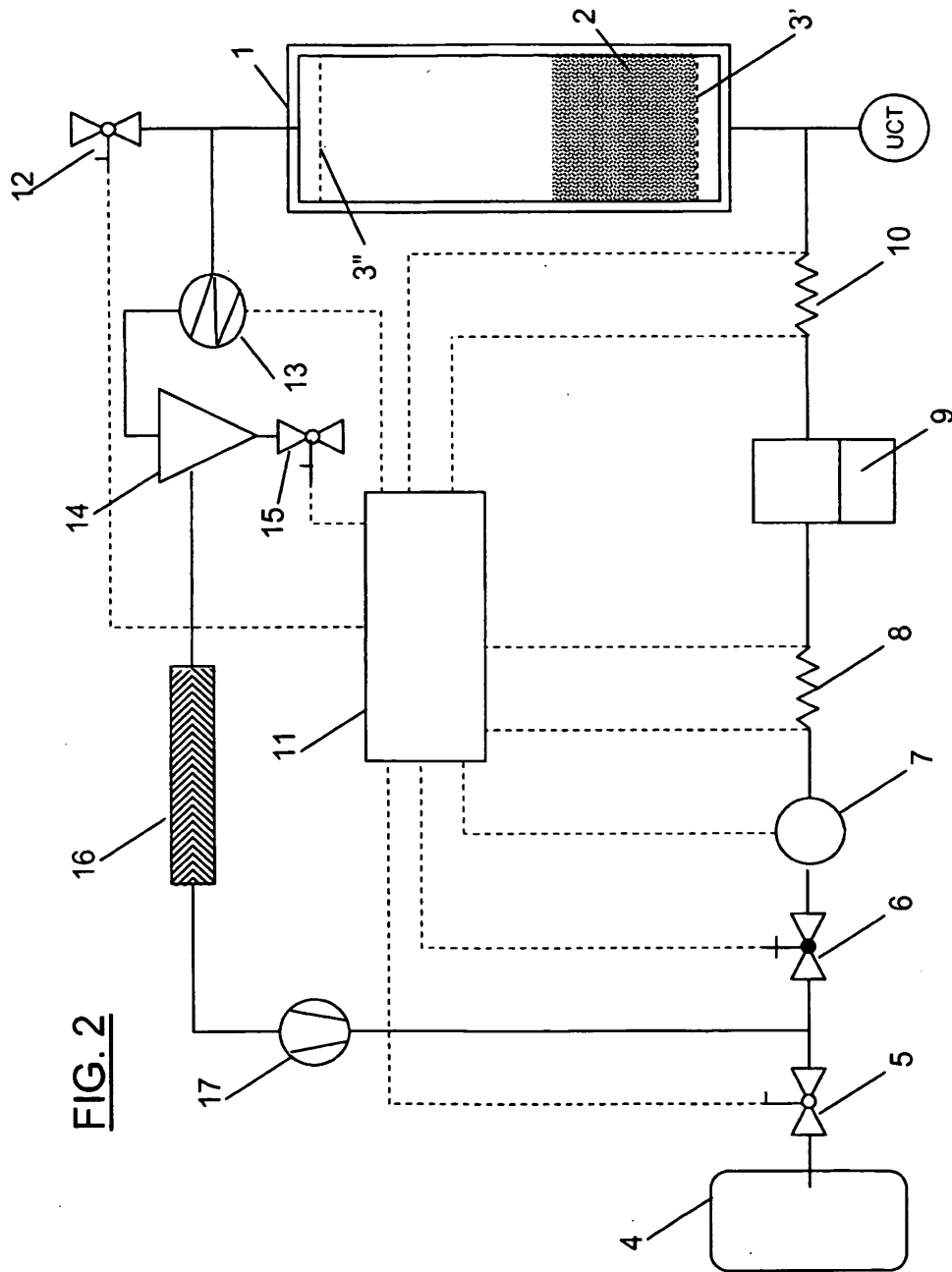


FIG. 2